

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 52-042377

(43)Date of publication of application : 01.04.1977

---

(51)Int.Cl.

H01L 21/302

H01L 27/15

H01K 3/18

H03F 17/00

---

(21)Application number : 50-118534

(71)Applicant : FUJITSU LTD

(22)Date of filing : 30.09.1975

(72)Inventor : FURUMIYA SATOSHI

UEDA OSAMU

KOTANI TAKESHI

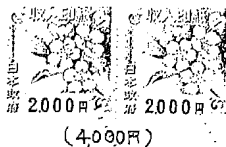
YAMAGUCHI AKIO

---

(54) METHOD OF ETCHING GAALAS

(57)Abstract:

PURPOSE: To make possible the observation of the number of etch pits in  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$  crystal used for semiconductor laser, emission diodes, etc.



特 許 願 (ハ)

昭和 50 年 9 月 30 日

特許庁長官 齋 藤 英 雄 殿

1. 発明の名称  $GaAlAs$  エッチング方法
2. 発 明 者  
住 所 神奈川県川崎市中原区上小田中 1015 番地  
富士通株式会社内  
氏 名 古 宮 聰 (外 3 名)
3. 特許出願人  
住 所 神奈川県川崎市中原区上小田中 1015 番地  
氏 名 (522) 富士通株式会社  
代表者 清 宮 博
4. 代 理 人 〒 171  
住 所 東京都豊島区南長崎 2 丁目 5 番 2 号  
氏 名 (7139) 弁理士 玉 蟲 久 五 郎 (外 4 名)
5. 添付書類の目録
- |             |     |
|-------------|-----|
| (1) 明 細 書   | 1 通 |
| (2) 図 面     | 1 通 |
| (3) 写 真     | 1 通 |
| (4) 委 任 状   | 1 通 |
| (5) 願 書 副 本 | 1 通 |

50 118534

明 細 書

1. 発明の名称

$GaAlAs$  エッチング方法

2. 特許請求の範囲

$Ga_{1-x}Al_xAs$  層 (或いは基板) を「水/過酸化水素/弗酸/酢酸」の組成を有するエッチング液でエッチングする工程が含まれることを特徴とする  $GaAlAs$  エッチング方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、 $Ga_{1-x}Al_xAs$  層 (または基板) の表面にエッチピットを顕出させたり、或いはメサ・エッチングを行なったりするのに好適な  $GaAlAs$  エッチング方法に関する。

例えば、半導体レーザを作動させると発光スペクトル中にダーク・スポット或いはダーク・ラインが発生してその寿命を終ることが知られている。そして、そのダーク・スポット等は、 $GaAs$ 、 $Ga_{1-x}Al_xAs$  等、Ⅲ-V 族化合物半導体結晶中に発生している転位、欠陥等が原因であろうと推定されている。また、その転位等は、エッチピットと関連

① 日本国特許庁

## 公開特許公報

① 特開昭 52 - 42377

④ 公開日 昭 52. (1977) 4. 1

② 特願昭 50 - 118534

② 出願日 昭 50. (1975) 9. 30

審査請求 未請求 (全 4 頁)

庁内整理番号

7113 57  
7377 57

⑤ 日本分類

99(5)C3  
99(5)J4

⑥ Int. Cl?

H01L 21/302  
H01L 27/15  
H01K 3/18  
H03F 17/00

識別  
記号

を持っているので、例えば  $Ga_{1-x}Al_xAs$  層の単位面積当たりのエッチピット数を観察することにより、その結晶を評価できるであろうと考えられている。

しかしながら、従来、 $Ga_{1-x}Al_xAs$  層表面にエッチピットを顕出させる方法がなく、前記の如き結晶の評価は単に理論上のものとされて来た。

本発明は、半導体レーザ、発光ダイオード等を用いる  $Ga_{1-x}Al_xAs$  結晶に於けるエッチピット数の観察を可能にすることを目的とし、 $Ga_{1-x}Al_xAs$  層 (或いは基板) を「水/過酸化水素/弗酸/酢酸」の組成を有するエッチング液でエッチングする工程が含まれることを特徴とする  $GaAlAs$  エッチング方法、を提供するもので、以下これを詳細に説明する。

本発明  $GaAlAs$  エッチング方法で  $Ga_{1-x}Al_xAs$  層 (或いは基板) のエッチングを行なうと、表面にエッチピットを顕出させることができる。また、当初、期待されていなかったが、極めて良好なメサ・エッチングも可能である副次的効果も得られた。

本発明では、前記の如く、水 ( $H_2O$ ) / 過酸化水素 ( $H_2O_2$ ) / 弗酸 ( $HF$ ) / 酢酸 ( $CH_3COOH$ ) の組成を有するエッチング液で  $Ga_{1-x}Al_xAs$  層をエッチングすることが基本になっている。

このエッチング液でエッチングを行ない、エッチピットを観測できるようにするためには、所定の許容混合比が存在する。即ち、室温での体積比として、

$$\begin{aligned} H_2O &: 0 \sim 3.0 \\ H_2O_2 &: 0.3 \sim 3.0 \text{ (50 \% のもの)} \\ HF &: 0.1 \sim 3.0 \text{ (50 \% のもの)} \\ CH_3COOH &: 1.0 \text{ (99.5 \% のもの)} \end{aligned}$$

である。

この組成からなるエッチング液でエッチングを行なったときのエッチング速度は、 $1.5 [\mu m / 分]$   $\sim 20 [\mu m / 分]$  の割合で制御することができる。

また、 $Ga_{1-x}Al_xAs$  中の  $Al$  量が  $x$  値として  $0.05 \sim 1.0$  の範囲に在るときにエッチピットを良好に観察することができる。

前記エッチング液で  $Ga_{1-x}Al_xAs$  層をエッチング

(3)

ところで、前記エッチング液を用いて、 $Ga_{1-x}Al_xAs$  層 ( $x=0 \sim 1.0$ ) の良好なメサ・エッチングを行ない得ることが判った。

従来、 $Ga_{1-x}Al_xAs$  層をメサ・エッチングすると、第1図に見られる如く、 $GaAs$  基板 11 上に液相エピタキシャル成長させた  $Ga_{1-x}Al_xAs$  層 12 はマスク 13 の下までえぐられ、所謂オーバ・エッチングされるのが普通である。写真4は  $Ga_{0.9}Al_{0.1}As$  結晶層を  $NH_4OH/H_2O_2$  系エッチング液でメサ・エッチングした場合の側断面を表わしている。写真では若干明瞭を欠いているが、矢印の部分が金 ( $Au$ ) - 亜鉛 ( $Zn$ ) 電極の先端であり、第1図に関して説明したようなオーバ・エッチングがなされていることが明らかに看取できる。

これに対し、本発明エッチング方法に於いて、前記エッチング液の組成値を適当に選定すると、第2図に見られる如く、マスク 13 の下が全くえぐられないメサ・エッチングを行なうことができる。しかも、前記エッチング液は  $Au-Zn$  電極を全く侵さないで、電極そのものをマスクにする

したときに現われるエッチピットは、その形状が円錐形をなしている。

写真1は上表面の面指数が (100) である  $GaAs$  基板上に液相エピタキシャル成長させた  $Ga_{1-x}Al_xAs$  層の表面を前記エッチング液でエッチングし、50倍に拡大して撮影して得たものである。1乃至9の記号はエッチピットの一部を指示している。

写真2は写真1の一部を更に200倍に拡大したもので、同記号は同部分を示している。

本発明者等は、エッチピットと転位とを関連付けるため、写真1の試料について、透過X線トポグラフに依る測定を行ない、写真3に見られる如き転位像を得た。写真1と写真3とを比較すると判るように、転位像の一端がエッチピット像で終わっている。また、更に異なった結晶面に付いて透過X線トポグラフ測定を行なうことに依り、他のエッチピットも転位と対応していることが確認された。従ってエッチピットの数を観測すれば転位の多少を知ることができ、結晶の良否を評価することができる。

(4)

ことができる。尚、第2図では、第1図に関して説明した部分と同部分を同記号で指示してある。写真5は写真4の場合と同様、 $Ga_{0.9}Al_{0.1}As$  結晶層を  $H_2O/H_2O_2/HF/CH_3COOH=0.5/0.5/0.25/1$  の組成のエッチング液でメサ・エッチングした場合の側断面を撮影したものであり、矢印の部分が  $Au-Zn$  電極の先端であって、第2図に関して説明した通り、オーバ・エッチングは全くなされていない。

以上の説明で判るように、本発明に依れば、従来、困難であった  $Ga_{1-x}Al_xAs$  層表面のエッチピット顕出を容易に行なうことができ、そのエッチピット数を観測することに依り、結晶の良否を予め正確に判定し、良質な結晶のみを使用して、長寿命の半導体装置、例えば半導体レーザを製造することができる。また、本発明方法に依ってメサ・エッチングを行なえば、マスクの下側までオーバ・エッチングされることはなく、所望通りのメサ形状を得ることも可能である。

(5)

(6)

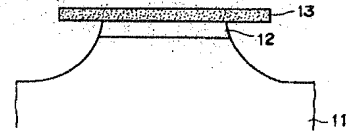
4. 図面の簡単な説明

第1図は従来のメサ形状を説明する要部側断面図、第2図は本発明一実施例のメサ形状を説明する要部側断面図を表わす。

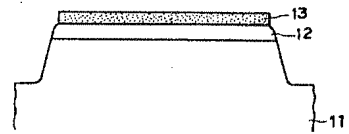
図に於いて、11は基板、12は $Ga_{1-x}Al_xAs$ 層、13はマスクをそれぞれ示す。

特許出願人 富士通株式会社  
代理人弁理士 玉 蟲 久 五 郎 (外4名)

第 1 図



第 2 図



(7)

写真 1  
↑

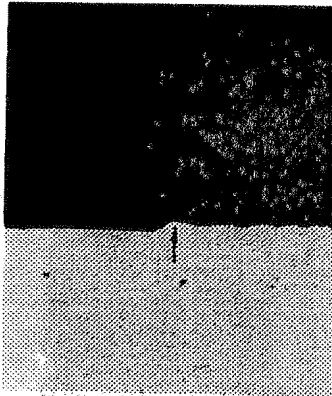
写真 2  
↓



写真 3

写真 4

写真 5



6. 前記以外の発明者および代理人

(1) 発 明 者

住 所	神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地		
	富士通株式会社内		
氏 名	上 田	修	
住 所	同上		
氏 名	小 谷	健	
住 所	同上		
氏 名	山 口	昭 夫	

(2) 代 理 人

住 所	東京都豊島区南長崎2丁目5番2号		
氏 名	(7283) 弁理士 柏 谷 昭 司		
	(7449) 弁理士 田 坂 善 重		
	(7589) 弁理士 渡 邊 弘 一		
	<del>(7449)</del> 弁理士 磯 村 雅 俊		